# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

09-310031

(43) Date of publication of application: 02.12.1997

(51)Int.CI.

CO9D 4/02 CO1G 19/00 CO1G 19/02 CO9K 3/00 // C08F 2/44

(21)Application number: 08-149766

(71)Applicant: NIPPON KAYAKU CO LTD

(22)Date of filing:

22.05.1996

(72)Inventor: KANEKO KATSUICHI

IZUMI KAORU

SAKURAI HIROSHI

## (54) HEAT RAY BLOCKING RESIN COMPOSITION AND COATED FILM

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject transparent composition, excellent in scuff resistance of a surface, having a high transmittance in a visible light region and a wide heat ray absorption spectrum and useful for a vehicular window, etc., by using specific inorganic metallic fine particles and a specified

compound.

SOLUTION: This heat ray blocking resin composition comprises (A) an norganic metallic fine particle having infrared absorptivity and ≤0.5μm primary particle diameter, (B) a compound having the maximum absorption wavelength in a near infrared region at ≤ 1200nm and (C) an active energy ray polymerizable type (meth)acrylate having (meth)acryloyl group. Furthermore, a compound of the formula [R is H or a 1-12C alkyl; X is SbF6, ClO4, Cl or Br; (m) and (n) are each 1 or 2], e.g. bis(p-dibutylaminophenyl)-[p-N,N-bis(pdibutylaminophenyl)aminophenyl]aluminum hexafluoroantimonate is preferably used as the component B.

$$\left[\left(\begin{matrix} n \\ n \end{matrix}\right) + \left(\begin{matrix} n \\ n \end{matrix}\right) - \left(\begin{matrix} n \\ n$$

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

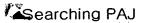
28.04.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]



[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平9-310031

(43)公開日 平成9年(1997)12月2日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号 庁内整理番号	<b>F</b> I	技術家	示箇所
C 0 9 D 4/02	PDR	C 0 9 D 4/02	PDR	
C 0 1 G 19/00		C 0 1 G 19/00	Α	
19/02		19/02	C	
C09K 3/00	105	C09K 3/00	105	
// C08F 2/44	MCP	C08F 2/44	MCP	
		審査請求 未請求	請求項の数6 FD (全	9 頁)
(21)出願番号	特願平8-149766	(71)出願人 0000040	86	
		日本化多	<b>集株式会社</b>	
(22) 出領日	平成8年(1996)5月22日	東京都	F代田区富士見1丁目11番2	号
Sal.		(72)発明者 金子 原	<b>)</b> —	
		埼玉県大	大宮市指扇領別所366-90	•
		(72)発明者 和泉 👔	<b>K</b>	
		埼玉県	与野市上落合1090	
		(72)発明者 桜井	<b>K</b>	•
		埼玉県	入間市根岸419-2	
• . •				. *
		*.		
			· * *	

## (54) 【発明の名称】 熱線遮断性樹脂組成物およびコーティングフィルム

## (57)【要約】

【課題】透明で可視光線透過率が高く、且つ格段に優れた熱線遮断性能を持つコーティング用樹脂組成物、およびフィルムを提供すること。

【解決手段】赤外線吸収能力を有する特定の微粒子金属 とアミノ化合物及び活性エネルギー線重合型(メタ)ア クリレートを主成分とするコーティング用熱線遮断性樹 脂組成物を提供する。

特開平9-310031

2

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】赤外線吸収能を有する一次粒子径0.5 μ m以下の無機金属の微粒子と1200nm以下の近赤外部に最大吸収波長のある化合物及び(メタ)アクリロイル基を持つ活性エネルギー線重合型(メタ)アクリレー\*

\* トからなる樹脂組成物又はそれをコーティングしたフィルム。

【請求項2】1200nm以下の近赤外部に大きな吸収のある化合物が式

[(£1]

$$\left[ \left( \begin{matrix} R \\ R \end{matrix} > N - \bigcirc - \bigcirc - N - \left( \bigcirc - N < \begin{matrix} R \\ R \end{matrix} \right)_{m} \right]^{n^{+}} \cdot m^{-}$$
(1)

(式中 RはH又は炭素数 $1\sim12$ のアルキル基、Xは SbF6、C1O4、C1、Br、scm ent1 ent1 ent2 e

【請求項3】透明フィルム基材の一面の上に、1200 nm以下の近赤外部に最大吸収波長のある化合物又は上記式(1)で示すアミノ化合物を含む樹脂組成物の層を設け、更にその上もしくは反対面に赤外線吸収能を有する一次粒子径0.5 μm以下の無機金属の微粒子と(メタ)アクリロイル基を持つ活性エネルギー線重合型(メタ)アクリレートからなる樹脂組成物の層を設けたフィルム

【請求項4】無機金属の微粒子が酸化錫、ATO(アンチモンドープ酸化錫)、ITO(インジウムドープ酸化錫)、酸化バナジウム等の金属酸化物である請求項1または請求項2の樹脂組成物及びそれをコーティングしたフィルム。

【請求項5】樹脂組成物の樹脂成分として、アクリル系 樹脂、ポリエステル樹脂、ブチラール樹脂等のポリマー をさらに含有する請求項1、請求項2又は請求項3の樹 脂組成物およびそれをコーティングしたフィルム。

【請求項6】無機金属微粒子を樹脂成分に分散させるために、カルボン酸系の分散剤を使用した請求項1、請求項2又は請求項に記載の樹脂組成物及びそれをコーティングしたフィルム。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は熱線遮断性樹脂組成物及びそれをコーティングしたフィルムに関し、特に透明感が良好で且つ幅広い熱線吸収スペクトルを持つ熱線遮断性樹脂組成物及びその層構成に関する。更に本発明によれば比較的安価で加工性が優れ、且つ耐候性が優れた熱線吸収能の高いフィルムが得られるという特徴がある。

#### [0002]

【従来の技術】熱線遮断性材料は、近年特に研究開発が盛んに行われている材料であり、赤外領域の波長を有する半導体レーザー光等を光源とする感光材料、光ディスク用記録材料等の情報記録材料、赤外カットフィルター

あるいは熱線遮断フィルムとして建物の窓、車両の窓等 に利用することができる。

【0003】これらの用途に従来、近赤外線吸収性の光線透過性材料としては、クロム、コバルト錯塩チオールニッケル錯体、アンスラキノン誘導体等が知られている。またこの他にアルミニウム、銅などの金属を蒸着した熱線反射フィルムが知られている。かかる熱線反射フィルムは可視光を透過するが、近赤外線一赤外線の熱線を反射するので、ガラス窓等の開口部に適用すると、太陽光線の熱線あるいは室内からの輻射熱を反射して日照調整や断熱の効果をを持つ。このような特性を活かして透明断熱フィルムは、建物の窓、冷凍・冷蔵のショーケース、防熱面、車両用窓、等に利用され、住居環境の向上や省エネルギーに役立つ。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の 熱線遮断材料は、有機系だけのものは耐久性が劣り環境 条件の変化や時間の経過とともに初期の熱線遮断効果が 劣化していくという欠点があった。一方錯体系のものは 耐久性はあるが近赤外領域のみならず可視部にも吸収が 大きく、そのものが強く着色しているので用途が限られ てしまうという欠点があった。

【0005】また従来技術の金属を蒸着した熱線反射フィルムは、熱線のみならず可視光線まで金属蒸着層で反射するので、窓ガラス等に張り付けると採光性が損なわれ、室内が暗くなるという致命的な欠陥があり、また室外からは反射光による眩しさが避けられないという欠点もあった。

[0006]また従来の熱線遮断材料は特定の赤外波長域にのみ吸収があるので、幅広い熱線吸収スペクトルを持つ物質はいまだ見つかっていない。このため従来の素材では熱線吸収能が十分とはいえないという欠点がある。ここにおいて高い可視光線透過率を持ちながら一方で高い熱線を遮断する耐久性のある材料の開発が望まれていた。

【0007】さらに、従来技術では熱線吸収剤の皮膜を 形成するために、この熱線吸収剤を固定する樹脂とし て、主にアクリル系樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド 樹脂、ポリウレタン樹脂、エポキシ樹脂、アミノ樹脂、 50 ビニル樹脂等の熱可塑性樹脂が一般に使用される。しか しながらとれらの樹脂は皮膜の硬度が弱く傷がつきやすく耐擦傷性が劣っている。またこれらの樹脂への熱線吸収剤の分散もしくは溶解作業、あるいはフィルムへの塗工作業、成型作業は加熱下に行われるために、熱線吸収剤本体の劣化や、性能劣化が起こり易い欠点を有している。

#### [0008]

【課題を解決するための手段】本発明者は、近赤外-遠 赤外の広い範囲にわたって吸収がみられ、可視光透過率 が高く且つ耐久性に優れ、高い熱線吸収率を持った熱線\*10

\* 遮断材料について鋭意検討を重ねた結果、

(1) 一次粒子径0.5μm以下、好ましくは0.1μ m以下の熱線吸収能を持つ金属微粒子と1200nm以 下の近赤外部に最大吸収波長のある化合物、例えば式

(1)で示す特定のアミノ化合物及び活性エネルギー線 の照射によって硬化可能な(メタ)アクリレートからな る樹脂組成物及びそれをコーティングしたフィルム

[0009]

[化2]

$$\left[ \left( \begin{matrix} R \\ R \end{matrix} > N - \bigcirc - \right)_{m} N - \bigcirc - N - \left( \bigcirc - N < \begin{matrix} R \\ R \end{matrix} \right)_{m} \right]_{\bullet}^{n} m^{-}$$

【0 【10】 (式中 RはH叉は炭素数1~12のアルキル基) XはSbF6、ClO4、Cl、Br、またmとnは1または2を示す)

(2)透明フィルム基材の一面の上に、1200nm以下の近赤外部に最大吸収波長のある化合物、例えば上記式(1)で示すアミノ化合物を含む樹脂組成物の層を設け、更にその上もしくは反対面に赤外線吸収能を有する一次粒子径0.5μm以下の無機金属の微粒子と(メタ)アクリロイル基を持つ活性エネルギー線重合型(メタ)アクリレートからなる樹脂組成物の層を設けたフィルム。が上記目的を達成することを見いだし、本発明の完成に至った。

【0011】一般に太陽光に含まれる熱エネルギーは、 可視光部分とそれ以上の波長域にある赤外部とでほぼ2 分の1づつと言われている。本発明では可視光線透過率 をできるだけ高め、赤外部の熱エネルギーを効率的に吸 収遮断しようとするものである。本発明によれば熱線吸 収能を持つ金属微粒子と1200nm以下の近赤外部に 最大吸収波長のある化合物、例えば特定の式(1)のア ミノ化合物を組み合わせることによって耐久性が高く且 つ幅広い熱線吸収スペクトルが得られ、より優れた熱線 吸収能力を発揮し、且つ又可視光線透過率が高いという ことが見出された。未だかって本発明のような幅広い吸 収スペクトルを有する物質は見つかっていない。同時 に、これらの熱線吸収剤を固定する樹脂として活性エネ ルギー線硬化型(メタ)アクリレートを用いることによ って、耐擦傷性と耐久性に優れた皮膜を効率的に形成さ せることができる。

【0012】本発明で用いる熱線吸収能を有する金属としては、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化錫、酸化アンチモン、硫化亜鉛、ガラスセラミックス等があるが、特に酸化錫、ATO(アンチモンドープ酸化錫)、ITO(インジウムドープ酸化錫)、酸化バナジウム等の金属酸化物が熱線吸収能力に優れ、好適である。こうした金属を可視光領域において吸収がなく、か

つ透明な金属含有の皮膜として形成させるためには、その一次粒子径は $0.5\mu$ m以下好ましくは $0.1\mu$ m以下の超微粒子の粉末にする必要がある。また樹脂中でとの微粒子が凝集することなく安定に保たれねばならない。本特許の樹脂組成物中の固形分に対する熱線遮断性の無機金属の微粒子の含有量は要求される熱線遮断性の近て任意に選ぶことができるが、好ましくは20重量%~70重量%が好適である。ATOは例えば特開平58-117228号公報、特開平<math>6-262717号公報、特開平2-105875公報等に記載された方法によって製造することができ、ITOは例えば特開昭63-11519号公報等に記載された方法によって製造することができる。また酸化バナジウムは天然鉱石の選鉱法やメタバナジウム酸アンモンを加熱して作ることができる。

【0013】また本発明で用いる1200mm以下の近 赤外部に最大吸収波長のある化合物のうちで代表的なも のは式(1)構造で表される最大吸収波長が約750 n m以上1200nm以下のアミノ化合物である。これら の化合物は所望によって単独もしくは混合して使用する ことが可能である。このアミノ化合物は熱線吸収能を有 する金属と同様 0. 5 μ m 以下好ましくは 0. 1 μ m 以 下に微粒子化すれば本発明に適用可能だが、効果及び調 整の容易さから有機溶剤に溶解させて使用するほうがよ り好ましい。本アミノ化合物はUSP No.348446 7、36377769などで開示される方法によって合 成することができ、例えばビス(p-ジブチルアミノフ ェニル) - [p-N, N-ビス (p-ジブチルアミノフ ェニル) アミノフェニル] -アミニウムのヘキサフルオ ロアンチモン酸塩、N, N, N-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-1,4-ベンゼンイミニウ ム=ジヘキサフルオロアンチモナート、N, N, N, N -テトラキス (p-ジブチルアミノフェニル) -1, 4 -ベンゼンイミニウム=ジベルクロラートなどがある

50 が、これらのものに限定されない。これらのアミノ化合

(4)

10

物の樹脂組成物の固形分に対する含有量は、要求される 熱線遮断性能に応じて任意に選ぶことができるが、可視 光線透過率を低下させないためには、好ましくは0.1 重量%~50重量%、より好ましくは0.5重量%~2 0重量%の範囲が好ましい。

【0014】本発明に用いられる活性エネルギー線重合 型(メタ)アクリレートとしては、分子内に1個以上の (メタ) アクリロイル基を有する紫外線もしくは電子線 硬化可能な(メタ)アクリレートから任意に選択でき、 単独もしくは混合して使用することができる。 この (メタ) アクリレートの具体例としては、2-ヒドロキ シエチル (メタ) アクリレート、2-ヒドロキシプロピ ル (メタ) アクリレート、イソブチル (メタ) アクリレ ート、t-ブチル (メタ) アクリレート、2-エチルへ キシル (メタ) アクリレート、ステアリルアクリレー ト、2-エチルヘキシルカルビトールアクリレート、ω カルボキシボリカプロラクトンモノアクリレート、ア クリロイルオキシエチル酸、アクリル酸ダイマー、ラウ リル (メタ) アクリレート、2-メトキシエチルアクリ レート、ブトキシエチルアクリレート、エトキシエトキ 20 シエチルアクリレート、メトキシトリエチレングリコー ルアクリレート、メトキシポリエチレングリコールアク リレート、ステアリル (メタ) アクリレート、シクロへ キシル (メタ) アクリレート、テトセヒドロフルフリル (メタ) アクリレート、N-ビニル-2-ピロリドン、 イソボニル (メタ) アクリレート、ジシクロペンテニル アクリレート、ベンジルアクリレート、フェニルグリシ ジルエーテルエポキシアクリレート、フェノキシエチル (メタ) アクリレート、フェノキシ(ポリ) エチレング リコールアクリレート、ノニルフェノールエトキシ化ア 30 クリレート、アクリロイルオキシエチルフタル酸、トリ プロモフェニルアクリレート、トリプロモフェノールエ トキシ化(メタ)アクリレート、メチルメタクリレー ト、トリプロモフェニルメタクリレート、メタクリロイ ルオキシエチル酸、メタクリロイルオキシエチルマレイ ン酸、メタクリロイルオキシエチルヘキサヒドロフタル 酸、メタクリロイルオキシエチルフタル酸、ポリエチレ ングリコール (メタ) アクリレート、ポリプロピレング リコール (メタ) アクリレート、β-カルボキシエチル アクリレート、N-メチロールアクリルアマイド、N-メトキシメチルアクリルアマイド、N-エトキシメチル アクリルアマイド、N-n-ブトキシメチルアクリルア マイド、t-ブチルアクリルアミドスルホン酸、ステア リル酸ビニル、N-メチルアクリルアミド、N-ジメチ ルアクリルアミド、N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレート、N-ジメチルアミノプロピルアクリルア ミド、アクリロイルモルホリン、グリシジルメタアクリ レート、n-ブチルメタアクリレート、エチルメタアク リレート、メタクリル酸アリル、セチルメタクリレー ト、ペンタデシルメタアクリレート、メトキシポリエチ

レングリコール (メタ) アクリレート、ジエチルアミノ エチル (メタ) アクリレート、メタクロイルオキシエチ ル琥珀酸、ヘキサンジオールジアクリレート、ネオペン チルグリコールジアクリレート、トリエチレングリコー ルジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレ ート、ポリプロピレングリコーメルジアクリレート、ヒ ドロキシピバリン酸エステルネオペンチル、ペンタエリ スリトールジアクリレートモノステアレート、グリコー ルジアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタアクリロ イルフォスフェート、ビスフェノールAエチレングリコ ール付加物アクリレート、ビスフェノールFエチレング リコール付加物アクリレート、トリシクロデカンメタノ ールジアクリレート、トリスヒドロキシエチルイソシア ヌレートジアクリレート、2-ヒドロキシー1-アクリ ロキシー3-メタクリロキシプロパン、トリメチロール プロパントリアクリレート、トリメチロールプロパンエ チレングリコール付加物トリアクリレート、トリメチロ ールプロパンプロピレングリコール付加物トリアクリレ ート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリス アクリロイルオキシエチルフォスフェート、トリスヒド ロキシエチルイソシアヌレートトリアクリレート、変性 ε-カプロラクトントリアクリレート、トリメチロール プロパンエトキシトリアクリレート、グリセリンプロピ レングリコール付加物トリアクリレート、ペンタエリス リトールテトラアクリレート、ペンタエリスリトールエ チレングリコール付加物テトラアクリレート、ジトリメ チロールプロパンテトラアクリレート、ジベンタエリス リトールヘキサ (ペンタ) アクリレート、ジペンタエリ スリトールモノヒドロキシペンタアクリレート、ウレタ ンアクリレート、エポキトアクリレート、ポリエステル アクリレート、不飽和ポリエステルなどがあげられる が、これらに限定されるものではない。これらのものは 単独もしくは任意に混合使用することができるが、好ま しくは分子内に (メタ) アクリロイル基を2個以上含有 する多官能 (メタ) アクリレートモノマーもしくはオリ ゴマーが重合後の皮膜が硬く、耐擦傷性が良好で好適で ある。これら活性エネルギー線重合型(メタ)アクリレ ートの樹脂組成物の樹脂成分に対する割合は、10重量 %以上98重量%以下が良く、より好ましくは30重量 %以上80重量%以下が望ましい。

【0015】又、樹脂成分として(メタ)アクリロイル 基を持つ活性エネルギー線重合型(メタ)アクリレート の他にフィルムとの密着性、あるいは無機金属の微粒子 と活性エネルギー線重合型樹脂との相容性をよくする目 的で、アクリ樹脂、ポリエステル樹脂、ブチラール樹 脂、ウレタン樹脂等のポリマーを添加することができ る。例えばポリエステル樹脂としては、バイロン(東洋 紡績(株)製のポリエステル樹脂)、ブチラール樹脂と しては、積水化学製のエスレックを擧げることが出来 50 る。とくにヒドロキシル基を有するポリマーは、金属酸 (5)

化物の分散性が良好であると同時に、インキの密着性を向上させたり、皮膜の収縮を緩和したりするはたらきがあり好適である。このボリマーの樹脂成分に対する割合は、2重量%以上50重量%以下、更に好ましくは20重量%以下が好ましい。このボリマーは含有量が多すぎると得られる塗膜の耐擦傷性が低下し、とくに塗膜面を外側にする使用方法には適さない。

【0016】この無機金属の超微粒子を紫外線硬化型樹脂にうまく分散させるために、更に分散剤を必要に応じて添加することができる。その分散剤としては、種々の 10 界面活性剤が用いられ例えば界面活性剤としては硫酸エステル系、カルボン系、ポリカルボン酸系等のアニオン系界面活性剤、高級脂肪酸ポリエチレングリコールエステル系等のノニオン界面活性剤、シリコン系界面活性剤、フッソ系界面活性剤、アマイドエステル結合を有する高分子活性剤等がある。そのなかでも特にカルボン酸系、ポリカルボン酸系の分散剤が好適である。具体的にはフローレン AF-405、G-685、G-820等(共栄社油脂(株)製)を擧げることが出来る。分散剤の添 20 加量は、無機金属とアミノ化合物の総重量に対して0.1 重量%以上10重量%以下が好ましい。

【0017】本発明の樹脂組成物は電子線もしくは紫外 線照射によって硬化させることができるが、紫外線で重 合硬化させる場合は光重合開始剤が使用され、その光重 合開始剤は予め樹脂組成物の中に溶解する。光重合開始 剤としては、特に制限はなく各種公知のものを使用する ことができ、その使用量は樹脂組成物に対しで0.1-15重量%、好ましくは、0.5-12重量%が良く、 少なすぎると硬化性が低下するので好ましくなく、多す ぎると硬化被膜の強度が低下する。光重合開始剤の具体 例としては、イルガキュア-184、イルガキュア-6 51 (チバガイギー社製)、ダロキュアー1173(メ ルク社製)、ベンゾフェノン、O-ベンゾイル安息香酸メ チル、p-ジメチル安息香酸エステル、チオキサント ン、アルキルチオキサントン、アミン類等が挙げられ る。電子線を用いて重合硬化させる場合は特にこうした 重合開始剤を必要としない。

【0018】更に、塗膜の表面のスリップ性を向上させる目的で、種々のスリップ剤を添加することが可能で、また組成物を塗工するときに発生する泡を制御する目的で消泡剤を添加することもできる。更に必要に応じて各種有機溶媒、例えばトルエン、キシレン、酢酸エチル、アルコール、ケトン類などの芳香族、脂肪族の有機溶媒を添加することができる。

### 【発明の実施の形態】

【0019】本発明における熱線遮断性樹脂組成物の製造方法及びこれをフィルムにコーティングする方法としては、例えば次の方法があげられる。予め有機溶媒中に0.5μm以下に微分散された金属の分散液と式(1)

で示される特定のアミノ化合物の分散液もしくは溶解液 を混合し、これに好ましくは分散剤とポリマーを少量添 加して微粒子の分散を安定化させる。しかる後に活性エ ネルギー線を照射することによって重合可能な未硬化の (メタ) アクリレートモノマーもしくはオリゴマーを単 独もしくは2種類以上添加し、更に必要に応じて重合開 始剤を溶解させて目的の請求項1の熱線遮断性樹脂組成 物を得る。この時必要に応じて適量の溶媒や各種添加剤 を添加する事ができる。これらの各成分の混合方法はこ の順序に限らず、金属やアミノ化合物の微粒子の安定が はかられる方法ならとくに限定されない。この組成物を 透明フィルムの基材に1層コーティングし、しかる後に 活性エネルギー線、例えば紫外線や電子線を照射するこ とによって極めて可視光線透過率の高い、耐擦傷性と熱 線遮断性能に優れた熱線遮蔽フィルムを得ることができ る。また金属を含む樹脂組成物とアミノ化合物を含む樹 脂組成物を別々の層に分けて2層重ねて、もしくはフィ ルムの反対面にそれぞれコーティングすることによって も同様に優れた熱線遮蔽フィルムを得ることができる。 との場合まず前記式(1)のアミノ化合物をポリマー及 び/または重合開始剤を含む上記(メタ)アクリレート 中に分散、好ましくは溶解させて透明フィルム基材の 1 面上にコーティングし、さらにこの上またはフィルムの 反対面上に微粒子金属とポリマー及び/叉は上記(メ タ) アクリレートからなる樹脂組成物をコーティングし て得る。フィルムの両面にコーティングする場合は、片 面は粘着剤を含むポリマーであってもよい。との組成物 をフィルムにコーティングする方法としては例えば浸漬 法、グラビアコート法、オフセットコート法、ロールコ ート法、バーコート法、噴霧法、等の常法によって行わ れ、コートした後に熱風で溶媒を揮散させ、(メタ)ア クリレートを含む場合は続いて活性エネルギー線、例え ぱ電子線、もしくは紫外線を照射することによってフィ ルム表面上にコーテイングされた熱線遮断性組成物を瞬 時に重合硬化させる。コーティングする乾燥塗膜の厚み は通常は1~50μm、好ましくは2~10μmの厚み がカール防止の観点から適当である。コーティングされ るフィルム基材としてはポリエステル、ポリエチレン、 ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポ リ塩化ビニル、ポリ (メタ) アクリル、ポリアミド、ポ リウレタンなどがあげられる。これらのフィルム基材は 透明度の高いものが好ましいが、所望に応じて着色した フィルム基材を用いることもできる。

[0020]

## 【実施例】

#### 組成物の調整方法

次に、実施例をあげて本発明樹脂組成物の調整方法について詳細を述べるが、例文中の添加割合はすべて重量%で示す。

0 【実施例1】

10

#### 組成物Aの調整

組成物Bの調整

撹はん器を備えた容器に、0.1μm以下に微分散されたATOを50%含むトルエン溶液50部を入れ、撹拌しながらポリエステル樹脂バイロン24SS(東洋紡績(株)製)7部を少量づつ添加し溶解させた。引き続いてトルエン18.5部と紫外線硬化型モノマーのジベンタエリスリトールへキサアクリレート(日本化薬(株)製KAYARAD DPHA)22.4部を添加して溶解させ、さらに光重合開始剤イルガキュアー184を2部溶解させて紫外線硬化型の樹脂組成物Aを得た。

メチルエチルケトン60部の中にN, N, N, N-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-1, 4-ベンゼンイミニウム=ジヘキサフルオロアンチモナート6部を溶解させ続いてジベンタエリスリトールヘキサアクリレート8.8部とイルガキュアー184の0.7部を溶解させて紫外線硬化型の樹脂組成物Bを得た。組成物Aと組成物Bを59.6:40.4の割合で混合して、透明ボリエステルフィルムの上に乾燥後の厚みが8.5g/m¹になるようコーティングし、溶剤を70℃の熱風で乾燥揮散後、80wの高圧水銀ランプをコンベアースピード20m/分のスピードで紫外線を照射して塗膜を重合硬化させて、目的の熱線遮断性コーティングフィルムを得た。

### [0021]

【実施例2】実施例1で作成した組成物Bを乾燥後の厚みが1.81g/m²になるよう透明ポリエステルの上にコーティングし、溶剤を80℃の熱風で乾燥揮散後、80wの高圧水銀ランプをコンベアースピード25m/分のスピードで照射して塗膜を硬化させた。続いてその上に組成物Aを乾燥後の厚みが6.7g/m2になるようコーティングして、同じ条件で乾燥後紫外線を照射して塗膜を重合硬化させて、目的の熱線遮断性のコーティングフィルムを得た。

【0022】 【実施例3】

#### 組成物Cの調整

メチルエチルケトン50部の中にN, N, N, N-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-1,4-ベンゼンイミニウム=ジヘキサフルオロアンチモナート0.2部を溶解させ、続いて酢酸エチルを80%含むアクリル系粘着剤150部を加えて良く溶解混合して粘着剤組成物Cを得た。透明ボリエステルフィルムの片面上に組成物Aを乾燥後の厚みが6.7g/m'になるようにコーティングし、溶剤を70℃の熱風で乾燥揮散後、80 Wの高圧水銀ランプを用いてコンベアースピード20m/分のスピードで紫外線を照射して塗膜を硬化させた。フィルムの反対面上にアミノ化合物を含む粘着剤組成物Cを乾燥後の厚みが21.1g/m2になるように塗工して、80℃の熱風で乾燥して、粘着剤付きの熱線遮断性コーティングフィルムを得た。

#### [0023]

【比較例 1 】透明ポリエステルフィルムに組成物Aのみを乾燥重量で6.7g/m2 コーティングし、70℃で乾燥後、実施例3と同様の方法で紫外線硬化させた熱線遮断性フィルムを作成した。

#### [0024]

【比較例2】透明ポリエステルフィルムに組成物Bのみを乾燥重量で0.36g/m2 コーティングし、70℃で乾燥後、実施例3と同様の方法で紫外線硬化させた熱線遮断性コーティングフィルムを作成した。

【0025】更に参考対象とするためにPETフィルム上に真空金属スパッタリング装置を用いてアルミを蒸着させた市販の車載用フィルム及び同じ用途の黒色着色した市販のフィルムを試験に供した。得られたフィルムの特性を表1、図2、図3に示す。

#### 【表1】

特開平9-310031

. 12

11

表1

· :	PETフィルム上の 熱線吸収剤量		透明PETフィルムに コーティングした時の特性値		
	アミノ 化合物 の量 g/m2	ATO量 g/m2	可視光線 透過率%	日射吸収率	耐擦傷性(表面)
実施例 1	0.7	3. 25	60.02	0. 59	0
実施例 2	0.7	3. 25	59.9 <del>9</del>	0.59	0
実施例 3	0.14	3. 25	67.82	0.35	0
比較例 1	. –	3. 25	80.06	0. 27	0
比較例 2	0.14	<u> </u>	83. 42	0.18	0
アルミ 蒸着品		- "	30.40	0.40	×
着色フィルム	_	-	21.02	0.35	×

可視光線透過率はJIS A 5759に準拠して測定。

日射吸収率はJIS R 3106に準拠して測定。

(日射吸収率は数値の大きいほど、熱線遮断性能に優れる)

耐擦傷性はスチールウール0000 番で200g荷重、20回往復で測定。〇:全く傷つかず

×:傷がつく

【0026】図1、図2で示す通り、近赤外部にのみ吸収を持つアミノ化合物と遠赤外部に吸収を持つ金属とを複合させることによって、近赤外から遠赤外の幅広い範囲で吸収スペクトルを有する熱線遮断フイルムを得ることができる。このように広いスペクトル範囲で熱線を吸収する素材はいまだかって見つかっていない。

[0027]

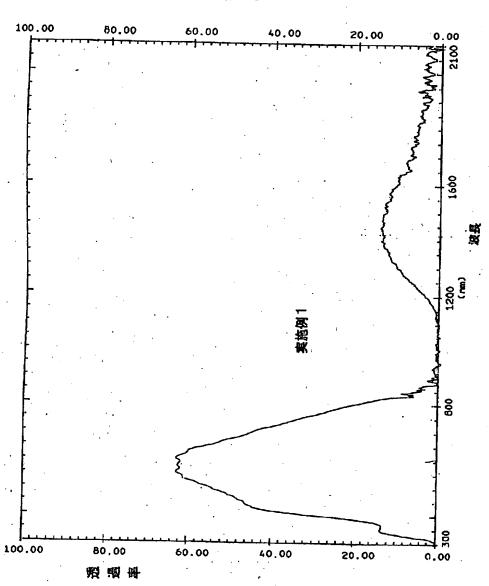
【発明の効果】本発明の熱線遮断性樹脂組成物をコーテ 30 ィングしたフィルムは表面の耐擦傷性が優れ、可視光領

域の透過性が高く透明で、且つ幅広い熱線吸収スペクトラムを有するので格段に優れた熱線遮断性能を示す。又本組成物は活性エネルギー線を照射することによって硬い皮膜を容易に形成するので作業性に優れ、建物や車両の窓、光学機器等への応用に最適である。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1のフィルムの分光特性図を示す。

【図2】実施例3、比較例1及び比較例2のフィルムの 分光特性図を示す。 【図1】



(9)

特開平9-310031

【図2】

